

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-088349
(43)Date of publication of application : 07.04.1998

(51)Int.Cl.

C23C 16/18
C23C 16/44
H01L 21/205
H01L 21/285

(21)Application number : 08-246188
(22)Date of filing : 18.09.1996

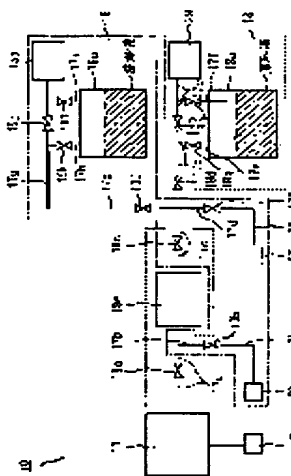
(71)Applicant : ANELVA CORP
(72)Inventor : NUMAJIRI KENJI

(54) VAPOR PHASE GROWTH SYSTEM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a vapor phase growth system capable of stably using a gaseous starting material feeding device over a long period.

SOLUTION: This vapor phase growth system is provided with the following (1) to (3). (1) This is a reaction chamber 11 in which the formation of coating is executed to the substrate in a state in which the inside is held to a vacuum. (2) A gaseous starting material feeding system 13 feeding a gas as the raw material for the coating to the reaction chamber 11. This gaseous starting material feeding system 13 is composed at least of a raw material soln. housing part 13b stored with the raw material for lie. phases and a gaseous starting material feeding device 13a vaporizing the raw material for lie. phases. (3) This is a cleaning system for cleaning the gaseous starting material feeding device 13a. This cleaning system 15 is at least provided with, e.g., a cleaning soln. housing part 15a and a high pressure inert gas introducing part 15b.



LEGAL STATUS

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-88349

(43)公開日 平成10年(1998) 4月 7日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 2 3 C 16/18

C 2 3 C 16/18

16/44

16/44

C

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

21/285

21/285

C

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁)

(21)出願番号

特願平8-246188

(22)出願日

平成 8 年(1996) 9 月18日

(71)出願人 000227294

アネルバ株式会社

東京都府中市四谷 5 丁目 8 番 1 号

(72)発明者 沼尻 憲二

東京都府中市四谷 5 丁目 8 番 1 号 アネル
バ株式会社内

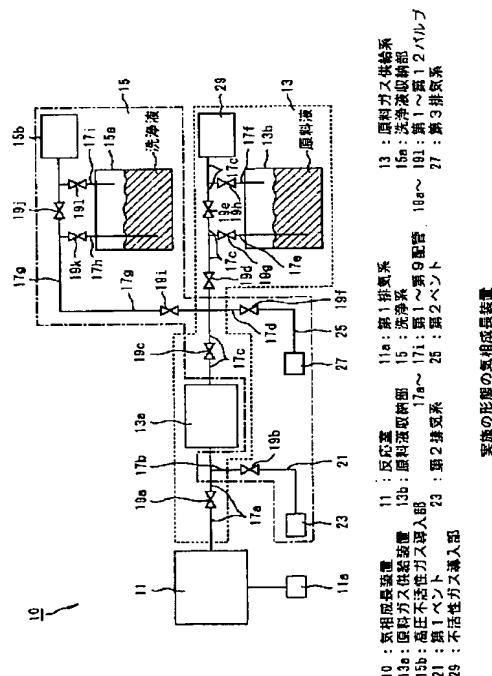
(74)代理人 弁理士 大垣 孝

(54)【発明の名称】 気相成長装置

(57)【要約】

【課題】 長期間安定に原料ガス供給装置を使用できるような気相成長装置を提供する。

【解決手段】 次の①～③を具えた気相成長装置とする。①内部を真空中に保持した状態で基板に対して膜の形成を行う反応室 11。②反応室 11 に、膜の原料であるガスを供給する原料ガス供給系 13。この原料ガス供給系 13 は、液相の原料を溜めておく原料液収納部 13b と、この原料液収納部 13b から供給された液相の原料を気化する原料ガス供給装置 13a とで少なくとも構成されている。③原料ガス供給装置 13a を洗浄するための洗浄系 15。洗浄系 15 は、例えば洗浄液収納部 15a と、高圧不活性ガス導入部 15b とを少なくとも具えている。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 内部を真空中に保持した状態で基板に対して膜の形成を行う反応室と、
該反応室に前記膜の原料であるガスを供給する原料ガス供給系であって、液相の原料を溜めておく原料液収納部と該原料液収納部から供給された前記液相の原料を気化する原料ガス供給装置とで少なくとも構成される当該原料ガス供給系と、
前記原料ガス供給装置を洗浄するための洗浄系とを具えたことを特徴とする気相成長装置。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の気相成長装置において、
前記洗浄系は、洗浄液を収納しておく洗浄液収納部と、前記洗浄液を前記原料ガス供給装置に配管を介して送り込むための高圧不活性ガスを供給する高圧不活性ガス導入部とを少なくとも具えていることを特徴とする気相成長装置。

【請求項 3】 請求項 2 に記載の気相成長装置において、
前記洗浄液は、前記原料と反応することなく前記原料を溶解することが可能な物質からなることを特徴とする気相成長装置。

【請求項 4】 請求項 2 に記載の気相成長装置において、
前記原料としてヘキサフルオロアセチルアセトナート・トリメチルビニルシラン・銅を用いる場合には、
前記洗浄液としてトリメチルビニルシランを用いることを特徴とする気相成長装置。

【請求項 5】 請求項 2 に記載の気相成長装置において、
前記原料としてテトラキスジメチルアミノチタンまたはテトラキスジエチルアミノチタンを用いる場合には、
前記洗浄液としてノルマルヘキサンを用いることを特徴とする気相成長装置。

【請求項 6】 請求項 1 に記載の気相成長装置において、
前記洗浄系は、前記原料液収納部と、前記原料ガス供給装置との間で接続されていることを特徴とする気相成長装置。

【請求項 7】 請求項 1 に記載の気相成長装置において、
前記反応室は第 1 排気系を具えており、
前記反応室に接続してある第 1 配管および該第 1 配管に配設された第 1 バルブを介して前記原料ガス供給装置が配設されており、
前記第 1 バルブと前記原料ガス供給装置との間の前記第 1 配管部分に接続してある第 2 配管は、第 2 バルブを介して第 2 排気系が配設されてある第 1 ベントに接続しており、
前記原料ガス供給装置の、前記第 1 配管に接続してある

側とは反対側に第 3 配管が接続しており、
該第 3 配管には、前記原料ガス供給装置に近い方から順に、第 3 バルブ、第 4 バルブ、第 5 バルブが配設されており、
前記第 3 バルブと前記第 4 バルブとの間の前記第 3 配管部分に第 4 配管が接続しており、該第 4 配管は第 6 バルブを介して第 3 排気系が配設してある第 2 ベントに接続しており、
前記第 5 バルブを挟む両側の前記第 3 配管部分に、先端部分が前記原料液収納部内に向かって伸びている、第 7 バルブが配設された原料液吸い上げ用の第 5 配管と、第 8 バルブが配設された原料液押し上げ用の第 6 配管とが接続しており、
前記第 3 配管の、前記原料ガス供給装置に接続してある側とは反対側の先端に不活性ガス導入部が配設しており、
前記第 3 バルブおよび第 4 バルブの間の第 3 配管部分に、第 9 バルブが配設してある第 7 配管が接続しており、
前記第 7 配管の、前記第 3 配管に接続してある側とは反対側の先端に高圧不活性ガス導入部が接続されており、
該第 7 配管には第 10 バルブおよび第 11 バルブが順次に配設しており、
前記第 10 バルブを挟む両側の前記第 7 配管部分に、先端部分が前記洗浄液収納部内に向かって伸びている、第 11 バルブが排泄された洗浄液吸い上げ用の第 8 配管と、第 12 バルブが配設された洗浄液押し上げ用の第 9 配管とが接続してあることを特徴とする気相成長装置。
【請求項 8】 請求項 3 に記載の気相成長装置において、
前記第 1、第 3、第 5 および第 6 配管と、前記第 1、第 3、第 4、第 5、第 7 および第 8 バルブと、前記原料ガス供給装置と、前記原料液収納部と、前記不活性ガス導入部とを前記原料ガス供給系とし、
前記第 1 バルブと前記原料ガス供給装置との間の前記第 1 配管部分と、前記第 4 バルブよりも前記原料ガス供給装置よりの前記第 3 配管部分と、前記第 2、第 4、第 7、第 8 および第 9 配管と、前記第 2、第 6、第 9、第 10、第 11 および第 12 バルブと、前記洗浄液収納部と、前記高圧不活性ガス導入部と、前記第 1 および第 2 ベントと、第 2 および第 3 排気系とを前記洗浄系としたことを特徴とする気相成長装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、常温常圧で液体または固体である原料を用いて基板に対し膜形成を行う気相成長装置に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体デバイスや各種電子部品等を製作する際に行われる、配線膜や絶縁膜等の薄膜の形成に様

々な方法が採用されているなか、今後のデバイスの微細化に対応可能な方法として、CVD法（Chemical Vapor Deposition：化学気相成長法）の研究が進んでいる。

【0003】このうち、窒化チタン（TiN）膜や銅（Cu）膜のような薄膜を比較的良好な被覆性で作製する方法として、有機金属化合物や有機金属錯体を原料として用いたCVD技術が注目されている。この方法では、例えばテトラキスジメチルアミノチタン（以下、TDMAT）のような有機金属化合物や、ヘキサフルオロアセチルアセトナート・トリメチルビニルシラン・銅（以下、Cu(hfac)(tmvs)とも記載する。）のような有機金属錯体を原料とし、この原料を反応室内に送り込んで所定の温度に加熱し、所定の熱化学反応を生じさせることにより、基板（成膜対象物）に所定の薄膜を形成する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上述したような有機金属化合物または有機金属錯体は、常温常圧で液体または固体である場合が多い。このため、原料を溜めたポンペ内で原料を加熱したり、バブリング法を用いたりすることにより気化させて反応室に供給する（導入する）のが普通であった。しかし、これらの方法では、ポンペ内に残留する原料の量によって熱容量が異なるために、反応室に所定の気化原料を安定して供給することが難しかった。

【0005】このため、上述したようなポンペを用いる方法ではなく、近年では、液相（液体状態）の原料を溜めておく原料液収納部と、原料液収納部から供給された液相の原料を気化する原料ガス供給装置とで少なくとも構成される気相成長装置が開発されてきている（特願平7-96168参照）。原料ガス供給装置は、原料液収納部から供給されたある程度の量の原料液を一旦溜めておく原料容器と、原料容器から配管を介して少しずつ供給される原料液を気化する気化器とを具えている。このような構成の気相成長装置（以下、単に装置ともいう。）とすれば、原料液を少しずつ気化させることができ、前述の熱容量に伴う問題が解消して、所定量の気化原料を安定して供給することが可能である。

【0006】このような装置を立ち上げるときには、原料ガス供給装置（以下、単に供給装置ともいう。）内の大気を取り除くために、供給装置に対して不活性ガスによるパージと排気とを繰り返した後に、原料を供給装置の原料容器内に導入し、成膜を開始していた。

【0007】しかし、このような前処理を施しても供給装置内部の大気を充分に取り除くことは難しく、用いる原料によっては大気中の水分と反応して生成物を形成する場合がある。このため、装置を使用していくうちに、この生成物に起因して成膜速度や成膜特性の低下等の経時変化が見られたり、供給装置内部で詰まり等のトラブルが発生したりするおそれがある。詰まりが発生すると

原料の反応室への供給が停止するため、成膜も中断されてしまう。この場合、気相成長装置から供給装置を取り外してメンテナンスを行うことになるが、生成物の完全な除去は難しく、生成物が供給装置に残存してしまうと再利用できる可能性が少ない。

【0008】したがって、原料を大気に触れさせることなく安定に反応室に供給することができ、成膜速度や成膜特性の低下等の経時変化のおそれが少なく、長期間安定にガス原料供給装置を使用できるような気相成長装置が望まれていた。

【0009】

【課題を解決するための手段】このため、この発明の気相成長装置によれば、次の①～③を具えたことを特徴としている。

【0010】①内部を真空中に保持した状態で基板に対して膜の形成を行う反応室。

【0011】②反応室に、膜の原料であるガスを供給する原料ガス供給系。

【0012】この原料ガス供給系は、液相の原料を溜めておく原料液収納部と、この原料液収納部から供給された液相の原料を気化する原料ガス供給装置とで少なくとも構成されている。

【0013】③原料ガス供給装置を洗浄するための洗浄系。

【0014】このように、原料ガス供給装置（供給装置）用の洗浄系を具えたことにより、この供給装置を取り外すことなく、容易に内部の洗浄を行うことができる。

【0015】例えばまず、供給装置の立ち上げ時の、すでに説明してある前処理（不活性ガスによるパージおよび排気を数回繰り返す）の後に、供給装置に洗浄液を送り込んで洗浄する。このことにより、供給装置内の大気の除去を、より高い効果をもって行うことができる。

【0016】また、生成物が形成されて詰まり等のトラブルが発生したとしても、再び供給装置に洗浄液を送り込んで洗浄することができる。よって、供給装置を取り外して煩雑なメンテナンスを行う必要もなく、容易に生成物の除去を行うことができ、そのまま継続して供給装置を使用することができる。

【0017】上述の洗浄系は、例えば次のように構成される。すなわち、洗浄液を収納しておく洗浄液収納部と、洗浄液を原料ガス供給装置に配管を介して送り込むための高圧不活性ガスを供給する高圧不活性ガス導入部とを少なくとも具える。高圧不活性ガスは、洗浄液を送り込むことのほか、洗浄液の排出を効率よく行うために排気系と共に用いることもできる。また、詰まり等のトラブルの具合が軽いものであれば、供給装置に対して高圧不活性ガスによるパージを行うことにより、洗浄液を用いずに生成物の除去を行うこともできる。ここでいう高圧不活性ガスとは、 10 kg/cm^2 程度までの高圧

に保持した不活性ガスのことである。用い得る不活性ガスとしては、 N_2 （窒素）、 Ar （アルゴン）、 He （ヘリウム）等が挙げられる。

【0018】また、洗浄液は、原料と反応することなく原料を溶融することが可能な物質からなるものであれば良い。具体的には、例えば原料として $Cu(hfac)(tmvs)$ を用いる場合には、洗浄液としてTMVSを用いる。また、例えば原料としてテトラキスジメチルアミノチタンまたはテトラキスジェチルアミノチタンを用いる場合には、洗浄液としてノルマルヘキサンを用いる。原料が常温常圧で液状のものであれば、そのまま原料容器に入れて成膜を行うことができるが、常温常圧で固体のものであれば、適当な溶媒に溶解させて液状にしてから用いれば良い。

【0019】また、洗浄系は、例えば原料液収納部と原料ガス供給装置との間で接続されているようにする。

【0020】

【発明の実施の形態】以下、図を参照してこの出願の発明の実施の形態について説明する。以下の説明中で挙げる使用材料や数値的な使用条件は、これら発明の範囲内の好適例にすぎない。従って、これらの発明は、これら条件にのみ限定されるものではない。

【0021】図1は、この発明の実施の形態の気相成長装置10の説明に供する概略的な装置構成図である。

【0022】この発明の気相成長装置によれば、内部を真空中に保持した状態で基板に対して膜の形成を行う反応室と、反応室に、膜の原料であるガスを供給する原料ガス供給系と、原料ガス供給系を構成する原料ガス供給装置を洗浄するための洗浄系とを具えている。また、原料ガス供給系は、液相の原料を溜めておく原料液収納部と、この原料液収納部から供給された液相の原料を気化する原料ガス供給装置とを具えている。

【0023】ここでは、気相成長装置10は、上述の反応室11、図中、破線で囲んで示した原料ガス供給系13、図中、一点破線で囲んで示した洗浄系15から主として構成される。

【0024】反応室11は第1排気系11aを具えており、内部を真空中に保持できるようになっている。第1排気系11aは、例えば油回転ポンプやターボ分子ポンプ等を組み合わせた構成となっており、内部を 10^{-4} Pa（パスカル）程度まで排気することが可能である。また、反応室11は、図示しないヒータや温度制御機構等で構成される温度調節機構を有しており、所定の温度に加熱保持することが可能である。この反応室11内には、膜形成対象である基板を固定する基板ホルダ（図示せず）が具えられている。

【0025】また、原料ガス供給系13は、次のような構成となっている。反応室11に、第1配管17aを介して原料ガス供給装置（供給装置）13aが接続されていて、この第1配管17aの中途に第1バルブ19aが

配設されている。原料ガス供給装置13aは、図示しないが、後述する原料液収納部13bから、後述する配管を介して供給された液相の原料をいったん溜めておく原料容器と、この原料容器から配管を介して少しずつ供給された原料液を気化する気化器とで構成されている。気化器としては、市販の液体流量制御器等を用いることができる。

【0026】また、供給装置13aには、第3配管17cを介して不活性ガス導入部29が接続しており、そして、この第3配管17cには、供給装置13aに近い方から順に、第3バルブ19c、第4バルブ19d、第5バルブ19eが配設されている。

【0027】また、第5バルブ19eを挟む両側の第3配管17cの部分に、第7バルブ19gが配設された第5配管17eと、第8バルブ19hが配設された第6配管17fとが接続してある。この第5配管17eおよび第6配管17fは、液相の原料を収納してある原料液収納部13b内に向かって伸びている配管である。ここでは、用いる原料をヘキサフルオロアセチルアセトナート・トリメチルビニルシラン・銅（ $Cu(hfac)(tmvs)$ ）とする。第5配管17eは、原料液吸い上げ用の配管であるため、原料液押し出し用の第6配管17fに比べて長く、第5配管17eの先端は原料液収納部13bの原料液中に浸されているが、第6配管17fの先端は原料液中に浸されていない。また、第3配管17cの、供給装置13aに接続してある側とは反対側の先端に、不活性ガス導入部29が配設してある。この不活性ガス導入部29より第6配管17fに不活性ガスが導入されると、第5配管17eが原料液を吸い上げる仕組みとなっている。

【0028】以上の、第1、第3、第5および第6配管17a、17c、17eおよび17fと、第1、第3、第4、第5、第7および第8バルブ19a、19c、19d、19e、19gおよび19hと、原料ガス供給装置13aと、原料液収納部13bと、不活性ガス導入部29とで、原料ガス供給系13を主として構成している。

【0029】一方、洗浄系15は、洗浄液収納部15aと、高圧不活性ガス導入部15bと、これら洗浄液収納部15a及び高圧不活性ガス導入部15bから供給装置13aに至る配管と、この配管に設けられたバルブと、第1および第2排気系23および27と、これら排気系と供給装置13aに至る配管と、これら配管に設けられたバルブ等で構成されている。上述の第3バルブ19cおよび第4バルブ19dの間の第3配管17c部分と高圧不活性ガス導入部15bとの間に、第7配管17gが接続してある。この第7配管17gの中途には、第3バルブ19c側から第9バルブ19iおよび第10バルブ19jが順次に配設されており、第10バルブ19jをはさむ両側の第7配管17gの部分に、第11バルブ1

9kが配設してある第8配管17hと、第12バルブ19lが配設してある第9配管17iとが接続してある。この第8配管17hおよび第9配管17iは、それらの先端部分が洗浄液を収納してある洗浄液収納部15a内に向かって伸びている配管である。ここでは、用いる洗浄液をトリメチルビニルシラン(TMVS)とする。洗浄液吸い上げ用の第8配管17hは、洗浄液押し出し用の第9配管17iに比べて長く、第8配管17hの先端は洗浄液収納部15aの洗浄液中に浸されているが、第9配管17iの先端は浸されていない。また、第7配管17gの第9バルブ19iとは反対側の先端に、高圧不活性ガスを供給する高圧不活性ガス導入部15bが接続してある。この高圧不活性ガス導入部15bより、高圧に保持された不活性ガスが第9配管17iに導入されると、第8配管17hが洗浄液を吸い上げる仕組みとなっている。高圧不活性ガスは洗浄液と反応しないものが良く、ここではN₂(窒素)を用いる。

【0030】また、第1バルブ19aと供給装置13aとの間の第1配管17a部分に第2配管17bが接続してあり、第2配管17bは第2バルブ19bを介して第1ベント21に接続してある。この第1ベント21の先端に第2排気系23が配設されている。また、第3バルブ19cと第4バルブ19dとの間の第3配管17c部分に第4配管17dが接続してあり、第4配管17dは第6バルブ19fを介して第2ベント25に接続してある。この第2ベント25の先端に第3排気系27が配設されている。

【0031】以上、第1バルブ19aと供給装置13aとの間の第1配管17aと、第4バルブ19dよりも供給装置13a寄りの第3配管部分と、第2、第4、第7、第8および第9配管17b、17d、17g、17hおよび17iと、第2、第6、第9、第10、第11および第12バルブ19b、19f、19i、19j、19kおよび19lと、洗浄液収納部15aと、高圧不活性ガス導入部15bと、第1ベント21および第2排気系23、第2ベント25および第3排気系25とで、洗浄系15を主として構成している。

【0032】次に、この気相成長装置10の動作について説明する。

【0033】まず、原料ガス供給装置13aを立ち上げる。最初に、第1バルブ19a、第4バルブ19d、第9バルブ19iが閉まっていることを確認する。次に、第3バルブ19cおよび第6バルブ19fを開き、第6バルブ19fに接続されている第2ベント25側の第3排気系27を用いて、配管を含む供給装置13a内部(原料容器、気化器)の排気を行う。場合によっては、供給装置13a内部がある程度減圧された状態になれば、途中から第1バルブ19aを開いて、第1排気系11aと第3排気系27とを同時に用いて、供給装置13aの排気を効率よく行っても良い。

【0034】次に、第6バルブ19f、第11および第12バルブ19kおよび19lを閉め、第9バルブ19iおよび第10バルブ19jを開いて、高圧不活性ガス導入部15bよりN₂を導入し、供給装置13aに対してパージを行う。以上の操作(排気、パージ)を数回繰り返す。

【0035】次に、第10バルブ19jを閉めて第11バルブ19kおよび第12バルブ19lを開き、洗浄液収納部15aに、高圧不活性ガス導入部15bより、第9配管17iを介してN₂を導入する。こうして、第8配管17h→第7配管17g→第3配管17cの、第4バルブ19dよりも供給装置13a寄りの部分→供給装置13a→供給装置13aと第1バルブ19aとの間の第1配管17a、の順に、これらを洗浄液で満たす。次に、第11バルブ19kおよび第12バルブ19lを閉め、第6バルブ19fを開いて、第3排気系27より洗浄液を排出する。このとき、第10バルブ19jを開いて、高圧不活性ガス導入部15bより、同時にN₂を導入すると、洗浄液の排出を効率よく行うことができる。ここで用いた洗浄液は蒸気圧が高いため、気体となって排出(排気)される。こうして供給装置13a内部に残存していた大気(大気中の水分)の除去を行う。この洗浄液を用いた立ち上げ時の処理により、供給装置13a内の大気の除去を、より高い効果をもって行うことができる。このため、成膜速度や成膜特性等の低下等の経時変化が起こるおそれが少ない。

【0036】次に、第5バルブ19e、第9バルブ19iおよび第6バルブ19fを閉め、第4バルブ19d、第7バルブ19g、第8バルブ19hを開いて、不活性ガス導入部29より、He等の不活性ガスを、第6配管17fを介して供給装置13a側に送り込む。このため、原料液(Cu(hfac)(tmvs))は、第5配管17e、第3配管17cを介して、原料ガス供給装置13a内の図示しない原料容器に送り込まれる。

【0037】次に、原料容器から原料を図示しない気化器に送り込んで気化する。その後、真空排気が済んだ反応室11に、供給装置13aから、第1バルブ19aを介して原料ガスを送り込み、熱化学反応を生じさせることにより、基板ホルダに設置した基板に対して成膜を行う。

【0038】ここで、供給装置13a内部において、何らかの原因で生成物が発生し、詰まり等のトラブルが生じた場合は、次のような処理を行う。

【0039】1) 第1バルブ19a、第3バルブ19c、第9バルブ19i、第10バルブ19jを開き、他のバルブを閉じた後、高圧不活性ガス導入部15bより、第7配管17g→第3配管17cの、第4バルブ19dよりも供給装置13a寄りの部分→供給装置13a→第1配管17a→反応室の順にN₂ガスを送り込む。このとき、反応室11に具えられている図示しない圧力

計をモニターし、反応室11の圧力上昇を確認する。 N_2 の供給圧力を上げることで徐々に反応室11内の圧力が上昇すれば、高圧不活性ガス(N_2)のパージによって供給装置13a内の生成物が除去されて、 N_2 が反応室に導入されたことになり、この処理が有効であることを示す。

【0040】2)上記1)の処理を行っても改善が見られない場合は、第10バルブ19jを閉めて第11バルブ19kおよび第12バルブ19lを開き、 N_2 ガスを洗浄液収納部15aに導入しながら、洗浄液を第8配管17h→第7配管17gの、第10バルブ19jが設けられている側の部分→第3配管17cの、第4バルブ19dよりも供給装置13a寄りの部分→供給装置13a→第1配管17a→反応室11の順に送り込む。 N_2 の供給圧力を上げていきながら上述の圧力計をモニターしていると、反応室の圧力の急激な上昇が見られる。これは、洗浄液による洗浄効果と高圧不活性ガス(N_2)のパージとによって供給装置13a内部の生成物が除去されて、洗浄液とガスとの混合物が反応室に流れ込むためである。反応室11に流れ込んだ洗浄液およびガスは、第1排気系11aより排気する。

【0041】このように、洗浄系15を動作させることにより、供給装置13aを取り外すことなく、この供給装置13a内部の詰まりを除去することができ、継続して使用することができる。

【0042】なお、ここでは、上記の生成物除去において、洗浄液およびガスを反応室11の排気系11aから排気する例を示したが、反応室11をクリーンに保つ上からは、第1バルブ19aを閉め、第2バルブ19bを開いて第2排気系23から排気する方が望ましい。

【0043】この発明は、例示の形態に限定されるものではないことは明かである。例えば、上述の形態では、原料としてCu(hfac)(tmvs)を用い、洗浄液としてTMVSを用いた例を示したが、その他の適切な組み合わせでも良い。例えば、原料として、テトラキスジメチルアミノチタンやテトラキスジエチルアミノチタン等のテトラキスジアルキルアミノチタンを用いた場合には、洗浄液としてノルマルヘキサンを用いることができる。

【0044】

【発明の効果】上述した説明からも明かなように、こ

の発明の気相成長装置によれば、反応室と原料ガス供給装置とを少なくとも具えた気相成長装置において、原料ガス供給装置を洗浄するための洗浄系を具えている。

【0045】このため、原料ガス供給装置の立ち上げ時の前処理(不活性ガスによるパージおよび排気を数回繰り返す)の後に、供給装置に洗浄液を送り込んで、供給装置を洗浄することができる。このことにより、供給装置内の大気の除去を、より高い効果をもって行うことができる。このため、成膜速度や成膜特性等の低下等の経時変化が起こるおそれが少ない。

【0046】また、生成物が形成されて詰まり等のトラブルが発生したとしても、再び供給装置に洗浄液を送り込んで、供給装置を洗浄することができる。よって、供給装置を取り外して煩雑なメンテナンスを行う必要もなく、容易に生成物の除去を行うことができ、そのまま継続して供給装置を使用することができる。

【0047】したがって、原料を大気に触れさせることなく安定に反応室に供給することができ、成膜速度や成膜特性の低下等の経時変化のおそれが少なく、長期間安定にガス原料供給装置を使用することが可能な気相成長装置を得ることができる。

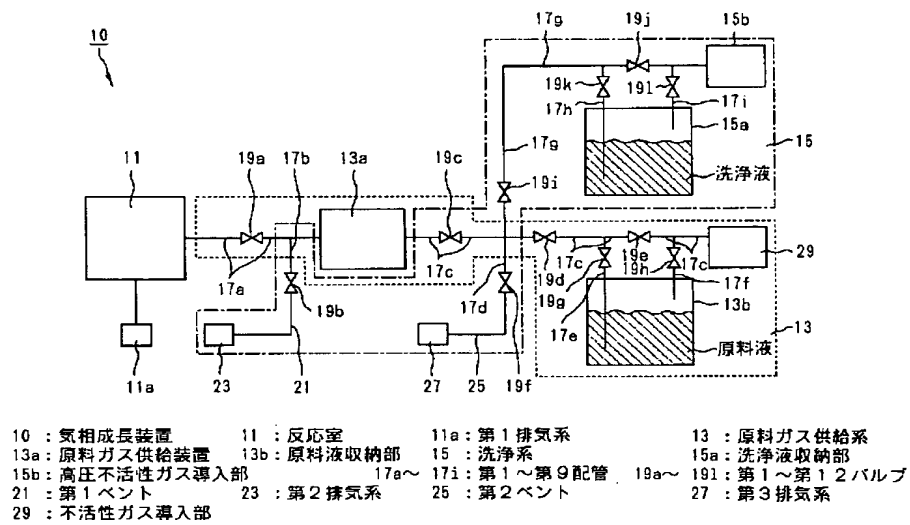
【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の実施の形態の気相成長装置の説明に供する概略的な装置構成図である。

【符号の説明】

- 10: 気相成長装置
- 11: 反応室
- 11a: 第1排気系
- 13: 原料ガス供給系
- 13a: 原料ガス供給装置
- 13b: 原料液収納部
- 15: 洗浄系
- 15a: 洗浄液収納部
- 15b: 高圧不活性ガス導入部
- 17a~17i: 第1~第9配管
- 19a~19l: 第1~第12バルブ
- 21: 第1ベント
- 23: 第2排気系
- 25: 第2ベント
- 27: 第3排気系
- 29: 不活性ガス導入部

【図1】



実施の形態の気相成長装置